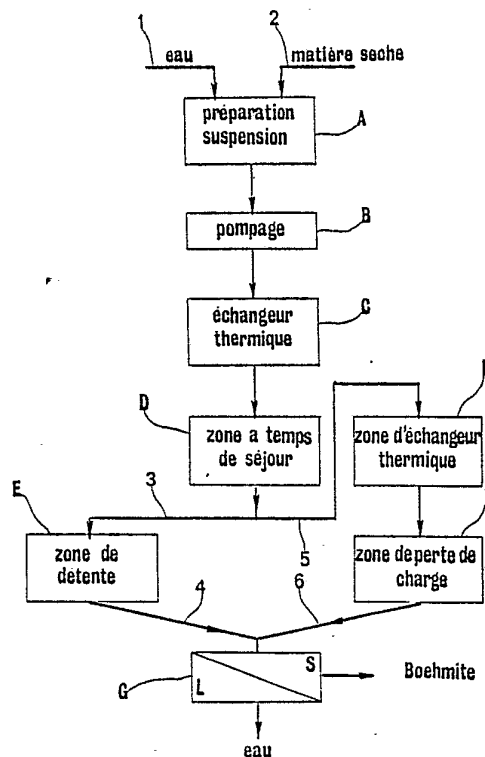




DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PC

(51) Classification internationale des brevets ³ : C01F 7/44, 7/02	A1	(11) Numéro de publication internationale: WO 80/01799 (43) Date de publication internationale: 4 septembre 1980 (04.09.80)
(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR80/00030 (22) Date de dépôt international: 26 février 1980 (26.02.80) (31) Numéro de la demande prioritaire: 79/05688 (32) Date de priorité: 28 février 1979 (28.02.79) (33) Pays de priorité: FR (71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): ALUMINIUM PECHINEY [FR/FR]; 28, rue de Bonnel, 69433 Lyon Cedex 3 (FR). (72) Inventeurs; et (75) Inventeurs/Déposants (US seulement): LECTARD, Alain [FR/FR]; 22, avenue Saint Jérôme, Résidence les Pins, 13100 Aix-en-Provence (FR). MAGRONE, Robert [FR/FR]; Quartier Mistral, Villa I, 13120 Gardanne (FR).		(74) Mandataire: GAUCHERAND, Michel; Pechiney Ugine Kuhlmann, 28, rue de Bonnel, 69433 Lyon Cedex 3 (FR). (81) Etats désignés: BR, DE, JP, NL, RO, SU, US. Publiée Avec rapport de recherche internationale
(54) Title: PROCESS FOR TRANSFORMING HYDRARGILLITE INTO BOEHMITE (54) Titre: PROCEDE DE TRANSFORMATION DE L'HYDRARGILLITE EN BOEHMITE (57) Abstract Hydrothermal transformation process of hydrargillite into boehmite which comprises the preparation of a hydrargillite suspension in water (A) on the basis of 150 g/l and 700 g/l of dry material expressed in Al ₂ O ₃ , the pressurized thermal processing at a temperature comprised between 200°C and 270°C, the temperature raising speed of said suspension being at least 1°C/minute, and letting it stay during a time period comprised between 1 minute and 60 minutes in a stay area (D) at a temperature in the range of 200°C and 270°C. The boehmite obtained has a granulometry at least equal to that of the initial hydrargillite and is very poor in alkaline elements. (57) Abrégé Procédé de transformation hydrothermale de l'hydrargillite en boehmite qui consiste à préparer une suspension d'hydrargillite dans de l'eau (a) à raison de 150 g/l et 700 g/l de matière sèche exprimée en Al ₂ O ₃ , à la traiter thermiquement sous pression à une température comprise entre 200°C et 270°C, la vitesse de montée en température de ladite suspension étant d'au moins 1°C/minute, et à la faire séjourner pendant un temps compris entre 1 minute et 60 minutes dans une zone de séjour (D) à une température comprise dans l'intervalle 200°C à 270°C. La boehmite obtenue dispose d'une granulométrie au plus identique à celle de l'hydrargillite initiale et est très appauvrie en éléments alcalins.		



UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AT	Autriche	LI	Liechtenstein
AU	Australie	LU	Luxembourg
BR	Brésil	MC	Monaco
CF	République Centrafricaine	MG	Madagascar
CG	Congo	MW	Malawi
CH	Suisse	NL	Pays-Bas
CM	Cameroun	NO	Norvège
DE	Allemagne, République fédérale d'	RO	Roumanie
DK	Danemark	SE	Suède
FR	France	SN	Sénégal
GA	Gabon	SU	Union soviétique
GB	Royaume-Uni	TD	Tchad
HU	Hongrie	TG	Togo
JP	Japon	US	Etats-Unis d'Amérique
KP	République populaire démocratique de Corée		

PROCEDE DE TRANSFORMATION DE L'HYDRARGILLITE EN BOEHMITE

L'invention concerne un procédé continu de transformation de l'hydrargillite en boëhmite en milieu aqueux, à haute température et sous pression.
5

Depuis longtemps déjà, la littérature spécialisée a décrit de nombreux procédés de transformation de l'hydrargillite en boehmite, en un milieu aqueux acide ou alcalin, ou même encore en un milieu de vapeur d'eau.
10

Parmi tous les procédés connus, un premier procédé de transformation en milieu acide de l'hydrargillite en boehmite, décrit dans un article de R. BUMANS, consistait à introduire dans un autoclave une liqueur aqueuse d'acide acétique 1,75 M, avec de l'hydrargillite industrielle,
15 la suspension ainsi obtenue étant portée à une température de 200° C pendant une durée de 5 heures.

Selon un autre procédé en milieu alcalin de transformation de l'hydrargillite en boehmite, procédé décrit dans Zeitschrift Anor. alloy Chemic.
20 Bd 271 1952 de Von GINSBERG, pages 41 à 48, on traitait thermiquement en autoclave une suspension d'hydrargillite dans une liqueur aqueuse alcaline de concentration variable à une température comprise entre 150° C et 200° C. L'auteur montrait dans cet article que la vitesse de transformation de l'hydrargillite en boehmite augmentait à la fois avec
25 la température et avec la concentration en agent alcalin.

Un autre procédé, réalisé en un milieu uniquement aqueux, décrit dans "Jo Appl. Chem. 10 October 1960 par TAICHI SAITO, Hydrothermal Reaction of Alumina Trihydraté", consistait à introduire 5 g d'hydrargillite
30 séchée à 110° C dans un autoclave contenant 500 cm³ d'eau et à chauffer le milieu ainsi réalisé soit à une température constante de 200° C, soit à des températures croissantes allant de 140° C à 200° C pendant deux heures.

35 Mais, cet article révélait également par l'intermédiaire des divers essais effectués par l'auteur que la transformation de l'hydrargillite en boehmite était déjà complète à la température de 200° C.



Quel que soit l'intérêt qu'offrent ces publications, les procédés décrits présentent des inconvénients majeurs non compatibles avec un procédé industriel de transformation, exigeant un rendement réactionnel élevé tout en consommant une quantité d'énergie la plus faible possible.

D'abord, il apparaît que le procédé de transformation en milieu uniquement aqueux de l'hydrargillite en boehmite se réalise à partir d'une suspension contenant une faible quantité en matière sèche, nécessitant un traitement thermique à 200° C, se prolongeant pendant au moins deux heures.

De plus, il est bien connu de l'homme de l'art que la transformation en milieu aqueux acide de l'hydrargillite en boehmite est ralentie par l'acidité du milieu.

Enfin, le procédé de transformation en un milieu aqueux alcalin de l'hydrargillite en boehmite enseigne que la cinétique de transformation est d'autant plus rapide que la concentration du milieu réactionnel en agent alcalin est plus élevée. Un tel procédé présente toutefois l'inconvénient majeur de laisser des quantités importantes de Na_2O dans la boehmite obtenue, la rendant impropre à certains usages.

Outre les inconvénients qui viennent d'être indiqués, les trois procédés ainsi décrits par la littérature présentent en commun l'inconvénient d'être discontinu et, par là même, d'être difficilement applicable dans une usine de production d'alumine.

Mais, la littérature contemporaine a cité également des procédés en continu d'obtention en milieu aqueux acide de boehmite ultra-fine. C'est ainsi, par exemple, que le brevet US 3 954 957 a décrit l'un de ces procédés, qui consistait à broyer finement de l'hydrargillite d'origine Bayer entre 1 et 3 μ , puis à la traiter thermiquement en milieu aqueux acide de façon à obtenir de la boehmite très finement divisée, dont la dimension des grains était au plus de 0,7 μ .

Un tel procédé présentait, outre l'inconvénient de ne pouvoir conduire qu'à l'obtention d'une boehmite aux applications très limitées, telles

que pigmentation de peinture, d'encre, papier, etc... celui de se réaliser en milieu acide et, par ce fait même, de ralentir la vitesse de transformation.

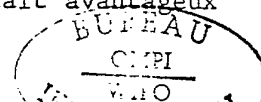
- 5 Forte des inconvénients majeurs précités, la demanderesse poursuivant ses recherches a trouvé et mis au point un procédé continu de transformation de l'hydrargillite en boehmite, en un milieu aqueux, applicable à l'échelle industrielle, permettant de produire en grande quantité, une alumine destinée à de multiples applications et, en particulier,
10 une alumine dont la granulométrie convient à l'usage de l'électrolyse ignée.

Le procédé selon l'invention consiste à mettre de l'hydrargillite industrielle (de préférence humide) dans de l'eau, en constituant une
15 suspension contenant une quantité de matière sèche exprimée en Al_2O_3 comprise entre 150 g/l et 700 g/l, à chauffer ladite suspension à une température comprise entre 200° C et 270° C selon une vitesse de "montée" en température au moins égale à 1° C/minute, et à la faire séjourner pendant un temps compris entre 1 minute et 60 minutes à une température
20 située dans l'intervalle précité de 200° C à 270° C.

Comme cela a déjà été dit, il a été choisi de constituer une suspension hautement chargée en matière sèche. En effet, la demanderesse a constaté qu'il était possible de traiter des suspensions particulièrement char-
25 gées en matière sèche, lui permettant ainsi d'augmenter substantiellement la production en boehmite pour une installation industrielle de dimension donnée. Toutefois, elle a remarqué qu'il pouvait être particulièrement avantageux de traiter des suspensions dont la concentration se situe de préférence entre 400 g/l et 600 g/l en Al_2O_3 .

30 La température de traitement s'est révélée être nécessairement au moins égale à 200° C afin de limiter le temps de séjour de la suspension dans la zone de traitement thermique, mais il est apparu qu'il était souhaitable de fixer cette température de traitement dans l'intervalle préfé-
35 rentiel de 220° C à 240° C.

Quant à la vitesse de montée en température de la suspension de l'hydrargillite dans l'eau, la demanderesse a constaté qu'il était avantageux



qu'elle soit la plus rapide possible, mais dans les limites compatibles avec l'échange thermique et le type de réacteur utilisé.

5 Dans le cas où le réacteur utilisé présente une capacité d'échange thermique relativement faible, telle que par exemple celle qui existe dans une série d'autoclave à chauffage indirect, la vitesse de montée en température de la suspension a été choisie dans l'intervalle de 1 à 5° C/minute.

10 Dans le cas où le réacteur utilisé présente une forte capacité d'échange thermique, tel que par exemple un réacteur de type mono ou poly-tubulaire, il a été constaté que la vitesse de montée en température de la suspension pouvait être la plus rapide possible, c'est-à-dire devait être avantageusement d'au moins 5° C/minute tout en restant
15 compatible avec l'échange thermique.

Le temps de séjour de la suspension est important et dépend de la concentration en matière sèche de ladite suspension ainsi que de la température de traitement choisie. Ce temps de séjour est préférentiellement choisi entre 3 et 10 minutes pour obtenir le rendement de transformation le plus élevé.
20

En pratique, la montée en température dans le cadre de l'invention s'effectue préférentiellement dans un échangeur de type mono ou poly-tubulaire. Dans ce cas, la vitesse de circulation de la suspension à
25 traiter ou en cours de traitement est au moins de 1,5 mètres/s; pour limiter les phénomènes de décantation de la matière sèche.

L'invention sera mieux comprise par la description chiffrée du schéma illustratif.
30

Selon la figure, la suspension d'hydrargillite dans de l'eau est préparée en (A) par introduction des quantités adéquates d'eau par 1 et de matière sèche par 2. Après avoir ajusté la concentration en matière
35 sèche, la suspension ainsi préparée est pompée sous pression en (B) dans l'échangeur thermique (C) où elle est portée à la température choisie.

Cette température de traitement peut être obtenue par chauffage indirect en injectant de la vapeur, par exemple dans une double enveloppe. Mais

cette température peut également être obtenue en récupérant l'énergie calorifique potentielle de la suspension déjà traitée qui circule à contre courant comme un fluide caloporteur.

- 5 Il est évident que la température de traitement peut être atteinte grâce à la combinaison des deux moyens précités.

A la sortie de (C), la suspension, portée à la température souhaitée, est introduite dans un réacteur (D) où s'effectue le temps de séjour
10 nécessaire à la transformation complète de l'hydrargillite en boehmite. La température pratiquée dans le réacteur (D) est, en général, au plus égale à la température de la suspension à la sortie de l'échangeur (C) en raison de l'endothermicité de la réaction de transformation de l'hydrargillite en boehmite. C'est pourquoi, la demanderesse a trouvé
15 avantageux de pratiquer le chauffage de ce réacteur à temps de séjour.

Après avoir réalisé le temps de séjour dans le réacteur (D), la température et la pression de la suspension doivent être abaissées pour permettre la séparation des phases liquide et solide.

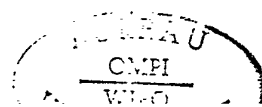
20

Pour ce faire, et selon une première variante, la suspension est conduite par (3) dans la zone de détente (E), qui peut être constituée, par exemple par une série de détendeurs.

- 25 La vapeur émise lors de la détente peut être avantageusement récupérée et recyclée dans l'échangeur thermique (C). On obtient ainsi une suspension refroidie, plus concentrée en matière sèche, qui est conduite par (4) dans la zone de séparation (G) dans laquelle s'effectue la récupération de la boehmite par filtration sous vide par exemple.

30

Selon une deuxième variante, la suspension véhiculée par (5) est refroidie dans un échangeur approprié (F) au moyen d'un fluide frigoporteur qui peut être la suspension sortant de la pompe (B). Puis la pression de la suspension refroidie est abaissée dans un organe de
35 pertes de charge (H) tel que par exemple une série de tubes ayant des diamètres décroissants, pour l'amener pratiquement à la pression atmosphérique. Dans le cadre de cette variante, la demanderesse a vérifié qu'il était intéressant de pratiquer simultanément les abaissements de



la température et de la pression de la suspension provenant de (D) en combinant dans un seul appareillage les deux fonctions assurées par les stades (F) et (H). A la sortie de (H), la suspension de boehmite refroidie rejoint par (6) la zone de séparation (G) comme cela a déjà été dit.

5

Du point de vue pratique, la demanderesse a constaté dans l'une et l'autre des variantes précitées, que si la suspension était mise en état d'ébullition dans l'échangeur (C) où le réacteur (D), ou bien simultanément en (C) et (D) en raison d'une détente en (E) ou perte de charge en (H) insuffisantes, l'on obtenait une boehmite de granulométrie beaucoup plus fine que celle de l'hydrargillite de départ, cet affinement se traduisant en particulier par l'augmentation de la proportion de grains de boehmite par rapport aux grains initiaux d'hydrargillite passant à travers les mailles d'un tamis normalisé de 15 microns.

15

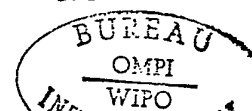
Par contre, si les pressions pratiquées en (C) et (D) sont suffisamment élevées en regard des températures pour éviter l'ébullition de la suspension, on constate que :

- en pratiquant une détente en (E) selon la première variante, on provoque toujours, quelles que soient les concentrations en matières sèches et les températures, un affinement important de la boehmite par rapport à la dimension initiale moyenne de l'hydrargillite ;
- d'une manière surprenante, en pratiquant la deuxième variante, pour des températures données en (C) et (D), il est possible de limiter l'affinement de la boehmite au cours de la transformation ou même de conserver la granulométrie initiale de l'hydrargillite lors de la transformation en boehmite.

En outre, la demanderesse a constaté avec un vif intérêt que le procédé selon l'invention conduisait à l'obtention d'une boehmite très appauvrie en impuretés alcalines, plus particulièrement en Na_2O , par rapport à la teneur en ces mêmes éléments dans l'hydrargillite de départ.

Exemple 1 (selon figure)

On a préparé en continu, selon l'invention, une suspension d'hydrargillite dans l'eau, en introduisant dans le bac (A) muni d'une agitation efficace, 960 kg/heure d'hydrargillite humide, contenant 12 % en poids d'eau résiduaire et provenant du procédé Bayer et 730 litres/heure d'eau



industrielle.

La teneur en matière sèche de cette suspension , exprimée en Al_2O_3 , était voisine de 461 g/l.

5

Ladite suspension d'hydrargillite était envoyée sous pression au moyen d'une pompe à membrane (B), dans un réacteur tubulaire (C) constitué par un tube de diamètre interne 15 mm ayant une longueur de 80 mètres. Le réacteur était chauffé par l'introduction de vapeur dans une double
10 enveloppe, externe au réacteur ayant un diamètre interne de 50 milli-
mètres.

Le débit de la suspension dans le réacteur était de 1,2 m³/heure, tandis que la vitesse de circulation de ladite suspension était de
15 1,88 m/s.

A la sortie du réacteur tubulaire, la température de la suspension a été maintenue par un système de régulation à 210° C.

20 Ladite suspension était alors introduite dans l'autoclave à temps de séjour (D), muni d'un faisceau tubulaire chauffant, où elle séjournait pendant 15 minutes à la température de 210° C.

A la sortie de l'autoclave (D), la suspension était soumise en (E) à
25 une détente abaissant sa pression d'environ 23 bars à la pression atmosphérique par passage dans deux détendeurs à diaphragme placés en série.

La suspension était recueillie en (G) où elle subissait la séparation des phases liquide L et solide S.

30

Afin d'apprécier la transformation de l'hydrargillite en boehmite et de déterminer l'évolution des diverses caractéristiques du produit obtenu, un échantillon a été prélevé dans la phase solide et a été soumis à une détermination par perte au feu. Cette perte au feu était
35 de 16,9 %, ce qui montrait que la transformation de l'hydrargillite en boehmite était complète.

La perte au feu de 16,9 %, plus élevée que la perte au feu théoriquement attendue de 15% , correspondait à la présence de 1,9 % d'eau libre

occluse dans les lacunes se trouvant à l'intérieur des cristaux de boehmite.

Dé nombreux auteurs ont mis en évidence la présence de cette eau et
 5 ont montré, en particulier, que la perte au feu à 1100° C de la boehmite
 pouvait atteindre 17,4 % en poids de la masse initiale (B. IMELIK ;
 J. Chim. Phys. 1966 Tome 4, pages 607 à 610).

Pour confirmer ce résultat, il a été procédé à une analyse aux rayons
 10 X qui montrait que les raies de diffractions caractéristiques de l'hydrargillite pour une anticathode au cobalt (angle de Bragg 21°35'-
 23°6' : raies les plus intenses) avaient totalement disparu et laissaient
 place aux raies caractéristiques de la boehmite (anticathode au cobalt :
 angle de Bragg : 16°8'-32°8' - 44°8' : raies les plus intenses).

15

En outre, comme une détente avait été pratiquée en (E) à la sortie
 du réacteur de séjour (D), on a pu constater un affinement des grains
 de boehmite obtenus par rapport aux grains initiaux d'hydrargillite,
 comme le montre le tableau ci-après, où sont comparées les granulomé-
 20 tries du produit avant et après que soit effectuée la transformation
 hydro-thermale.

25	(	% pondéral de	:	100	:	80	:	60	:	45	:	30	:	15	)
	(	grains inférieur à	:	en μm	:	en μm	:	en μm	:	en μm	:	en μm	:	en μm	)
	(		:		:		:		:		:		:		)
	(	Hydrargillite de	:		:		:		:		:		:		)
	(	départ	:	59,4	:	40,6	:	26,2	:	12,9	:	4,6	:	0,6	)
	(		:		:		:		:		:		:		)
	(	Boehmite obtenue	:	85,9	:	75,6	:	70,8	:	63,4	:	55,7	:	40,0	)
	(		:		:		:		:		:		:		)

On pouvait ainsi constater à travers ces résultats que la boehmite
 30 obtenue avait été soumise à une intense attrition.

Enfin, il a été constaté que la teneur en hydroxyde de sodium, exprimée
 en Na_2O , dans la boehmite obtenue était de 680 ppm, alors que la teneur
 en hydroxyde de sodium de l'hydrargillite initiale soumise au traitement
 35 de transformation hydrothermale était de 4500 ppm exprimée en Na_2O .

Ainsi, le procédé selon l'invention se révélait, non seulement efficace dans la transformation de l'hydrargillite en boehmite, mais encore particulièrement intéressant par le fait surprenant de l'importante diminution de la teneur finale en Na_2O .

5

Exemple 2

On a préparé en continu selon l'invention une suspension d'hydrargillite dans l'eau, en introduisant dans le bac (A) muni d'une agitation, 960 kg/h d'une hydrargillite provenant du procédé Bayer, contenant 12 %
10 en poids d'eau résiduaire et 730 litres/heure d'eau industrielle.

La teneur en matière sèche de cette suspension, exprimée en Al_2O_3 , était de 461 g/litre.

15 Ladite suspension d'hydrargillite était envoyée sous pression au moyen de la pompe à membrane (B) dans le réacteur tubulaire (C) constitué par un tube de diamètre interne de 15 millimètres et ayant une longueur de 92 mètres.

20 Le réacteur tubulaire était chauffé comme dans l'exemple 1, au moyen d'une double enveloppe alimentée en vapeur d'eau.

Le débit de la suspension dans l'installation était de 1,2 m³/heure. A la sortie de l'échangeur thermique (C), la suspension était introduite
25 dans un ballon de séjour (D) cylindrique, de faible volume (100 litres), non chauffé. La température de la suspension dans le ballon oscillait entre 220° C et 227° C.

La suspension s'échappait alors dudit ballon par la partie haute de
30 celui-ci et entraînait dans une zone de refroidissement (F) constituée par une tubulure de diamètre interne 15 mm et d'une longueur de 55 mètres, immergée dans de l'eau en circulation. La température à la sortie de cette zone était de 75° C environ.

35 Après cette zone de refroidissement, la suspension circulait dans une zone de perte de charge (H), constituée par un premier tube de diamètre interne 15 mm et d'une longueur de 230 mètres, suivie d'un deuxième tube de diamètre interne 12 mm et d'une longueur de 18 mètres.



En raison d'une perte de charge volontairement insuffisante au regard d'un potentiel de chauffage élevé dans le réacteur tubulaire (C), il a été constaté que la suspension passait par des états successifs d'ébullition à la sortie dudit réacteur (C) et dans le ballon de séjour (D).

La suspension était enfin recueillie en (G) où s'effectuait la séparation des phases liquide et solide.

Sur un échantillon prélevé dans la phase solide, les mêmes contrôles de perte au feu et d'examen aux rayons X ont été réalisés qui ont confirmé la transformation complète de l'hydrargillite en boehmite.

De même que dans l'exemple 1, il a été constaté un affinement des grains de boehmite obtenus par rapport aux dimensions des grains de l'hydrargillite de départ, comme le montre le tableau ci-après :

	% pondéral de grains inférieurs à	160 en μm	146 en μm	124 en μm	100 en μm	80 en μm	60 en μm	45 en μm	30 en μm	15 en μm
20	Hydrargillite de départ	95,5	90,3	79,9	59,9	53,7	17,7	8,1	1,8	0
	Boehmite obtenue	94,6	92,7	83,8	72,8	56,4	37,8	30,8	26,7	21,2

Enfin, il a été constaté, de même que dans l'exemple 1, que la teneur en hydroxyde de sodium exprimé en Na_2O , avait passé de 4450 ppm pour l'hydrargillite à 1100 ppm pour la boehmite obtenue selon le procédé de l'invention.

Exemples 3 à 8

Dans ces exemples, différentes concentrations en matière sèche de la suspension destinée au traitement hydrothermal, ont été essayées afin d'évaluer l'influence de ce paramètre sur le taux de transformation, la granulométrie et la teneur en Na_2O .

Pour cela, les suspensions d'hydrargillite dans l'eau ont été préparées comme cela a été décrit dans l'exemple 1, mais avec des quantités horaires d'hydrargillite et d'eau, particulières pour chaque exemple, comme cela apparaît dans le tableau récapitulatif ci-après, l'hydrargillite utilisée ayant une teneur en humidité de 9,6 % en poids exprimé par rapport au produit humide :

	N° Exemple	3	4	5	6	7	8
10	Débit horaire en l/h	990	835	800	760	740	710
	d'eau utilisée						
	Débit horaire en kg/h	445	770	850	910	974	1035
	d'hydrargillite humide						
15	Teneur en matière sèche						
	de la suspension en g/l	219	380	418	452	480	510
	exprimée en Al_2O_3						

Tout l'appareillage décrit dans l'exemple 2, en (A), (B) et (C) était le même, tandis que le ballon à temps de séjour (D) avait un volume de 100 litres et était chauffé sur sa périphérie au moyen de résistances électriques de puissance contrôlée.

Le refroidissement de la suspension sortant de (D) était assuré en (F) d'une manière identique à l'exemple 2.

Après la zone de refroidissement, la suspension circulait dans la zone de perte de charges (H) constituée par un premier tube de diamètre interne de 15 mm et d'une longueur de 230 mètres, suivie d'un deuxième tube de diamètre interne 12 mm et d'une longueur de 96 mètres, beaucoup plus importante que dans l'exemple 2.

Pour tous ces exemples, la température à la sortie de l'échangeur thermique (C) était comprise entre 233° C et 235° C, tandis que la température à la sortie du ballon de séjour (D) était comprise entre 218° C et 222° C, la pression dans ce ballon étant au minimum de 34 bares, évitant ainsi tous risques d'ébullition dans l'ensemble de l'appareillage.



De même que dans les autres exemples, la suspension sortant de (H) était recueillie en (G) où s'effectuait la séparation des phases solide et liquide.

- 5 Sur des échantillons prélevés dans la phase solide obtenue dans chaque exemple, on a vérifié que la transformation de l'hydrargillite en boehmite était complète, tant par la perte au feu que par un examen aux rayons X.
- 10 Enfin, la granulométrie de la boehmite obtenue par transformation hydrothermale a été mesurée pour chacun des exemples 3 à 8.

En vue de mesurer l'évolution de la granulométrie, lors de cette transformation, on a exprimé dans le tableau ci-après, l'augmentation en % pondéral de la proportion des grains de boehmite par rapport aux grains initiaux d'hydrargillite passant à travers les mailles d'un tamis normalisé de 45 microns.

Dans le même tableau, on a porté la teneur en hydroxyde de sodium exprimé en Na_2O , mesurée sur les boehmites obtenues dans chacun des exemples 3 à 8, étant entendu que la teneur initiale d'hydroxyde de sodium présent dans l'hydrargillite avant transformation hydrothermale, était de 4600 ppm :

25	(	Exemples	:	3	:	4	:	5	:	6	:	7	:	8	)
	(		:		:		:		:		:		:		)
	(	Teneur en matière sèche	:	219	:	380	:	418	:	452	:	480	:	510	)
	(	g/l	:		:		:		:		:		:		)
	(	Augmentation en % en	:		:		:		:		:		:		)
30	(	poûls de la fraction pas	:	18,4	:	8,8	:	6,4	:	2,8	:	1,5	:	0,4	)
	(	sante à 45 microns	:		:		:		:		:		:		)
	(		:		:		:		:		:		:		)
	(	Teneur en Na_2O	:	850	:	1050	:	1150	:	1200	:	1250	:	1500	)
	(		:		:		:		:		:		:		)
	(		:		:		:		:		:		:		)

35 Ainsi, il est constaté avec grand intérêt que la granulométrie initiale observée dans l'hydrargillite était conservée au stade de la boehmite, pour les teneurs en matière sèche les plus élevées dans la suspension.

Enfin, on pouvait également constater que la teneur en hydroxyde de sodium exprimée en Na_2O était, comme dans les autres exemples, très fortement abaissée.

REVENDICATIONS

1°) Procédé continu de production de boehmite à granulométrie contrôlée, par déshydratation d'hydrargillite consistant en la préparation d'une suspension d'hydrargillite dans l'eau, son traitement thermique sous pression et son maintien sous une température comprise entre 200° C et 270° C dans une zone privilégiée destinée à allonger le temps de séjour pendant le traitement, caractérisé en ce que la suspension sortant de la zone privilégiée destinée à allonger le temps de séjour passe dans une zone d'échange thermique puis dans une zone d'abaissement, jusqu'à la pression atmosphérique, de la pression requise par le traitement thermique.

2°) Procédé continu de production de boehmite à granulométrie contrôlée selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'abaissement de la pression jusqu'à la pression atmosphérique est effectué par perte de charge dans la zone d'abaissement de la pression, immédiatement après la zone d'échange thermique, dans le but de conserver à la boehmite la granulométrie initiale de l'hydrargillite.

3°) Procédé continu de production de boehmite à granulométrie contrôlée selon la revendication 1, caractérisé en ce que dans le but de conserver à la boehmite la granulométrie initiale de l'hydrargillite, l'abaissement de la pression jusqu'à la pression atmosphérique est effectué par perte de charge en même temps qu'est effectué l'abaissement de la température dans la zone d'échange thermique de telle sorte que la pression régnante à chaque instant soit suffisante pour éviter l'ébullition de ladite suspension.

4°) Procédé continu de production de boehmite à granulométrie contrôlée selon la revendication 1, caractérisé en ce que la suspension d'hydrargillite est mise en état d'ébullition dans les zones à temps de séjour ou d'échange thermique en pratiquant une perte de charge insuffisante dans la zone d'abaissement de la pression, dans le but de provoquer l'augmentation de la proportion des grains fins passant à travers les mailles d'un tamis normalisé de 15 microns.

5°) Procédé continu de production de boehmite à granulométrie contrôlée



selon la revendication 1, caractérisé en ce que les moyens utilisés pour l'abaissement de la pression jusqu'à la pression atmosphérique par perte de charge sont constitués par une série de tubes de diamètres décroissants et de longueur appropriée.

5

6°) Procédé continu de production de boehmite à granulométrie contrôlée selon la revendication 1, caractérisé en ce que la quantité de matière sèche dans la suspension d'hydrargillite exprimée en Al_2O_3 est comprise entre 150 g/l et 700 g/l mais préférentiellement entre 400 g/l et 600 g/l.

10

7°) Procédé continu de production de boehmite à granulométrie contrôlée selon la revendication 1, caractérisé en ce que la vitesse de montée en température est comprise entre 1 et 5° C/m dans le cas où le réacteur utilisé pour le traitement thermique dispose de faible capacité d'échanges thermiques.

15

8°) Procédé continu de production de boehmite à granulométrie contrôlée selon la revendication 1, caractérisé en ce que la vitesse de montée en température est d'au moins 5 ° C/m dans le cas où le réacteur utilisé pour le traitement thermique dispose d'une forte capacité d'échange thermique.

20

9°) Procédé continu de production de boehmite à granulométrie contrôlée selon la revendication 1, caractérisé en ce que le temps passé dans la zone privilégiée destinée à allonger le temps de séjour est compris entre 1 et 60 minutes mais préférentiellement compris entre 3 et 10 minutes.

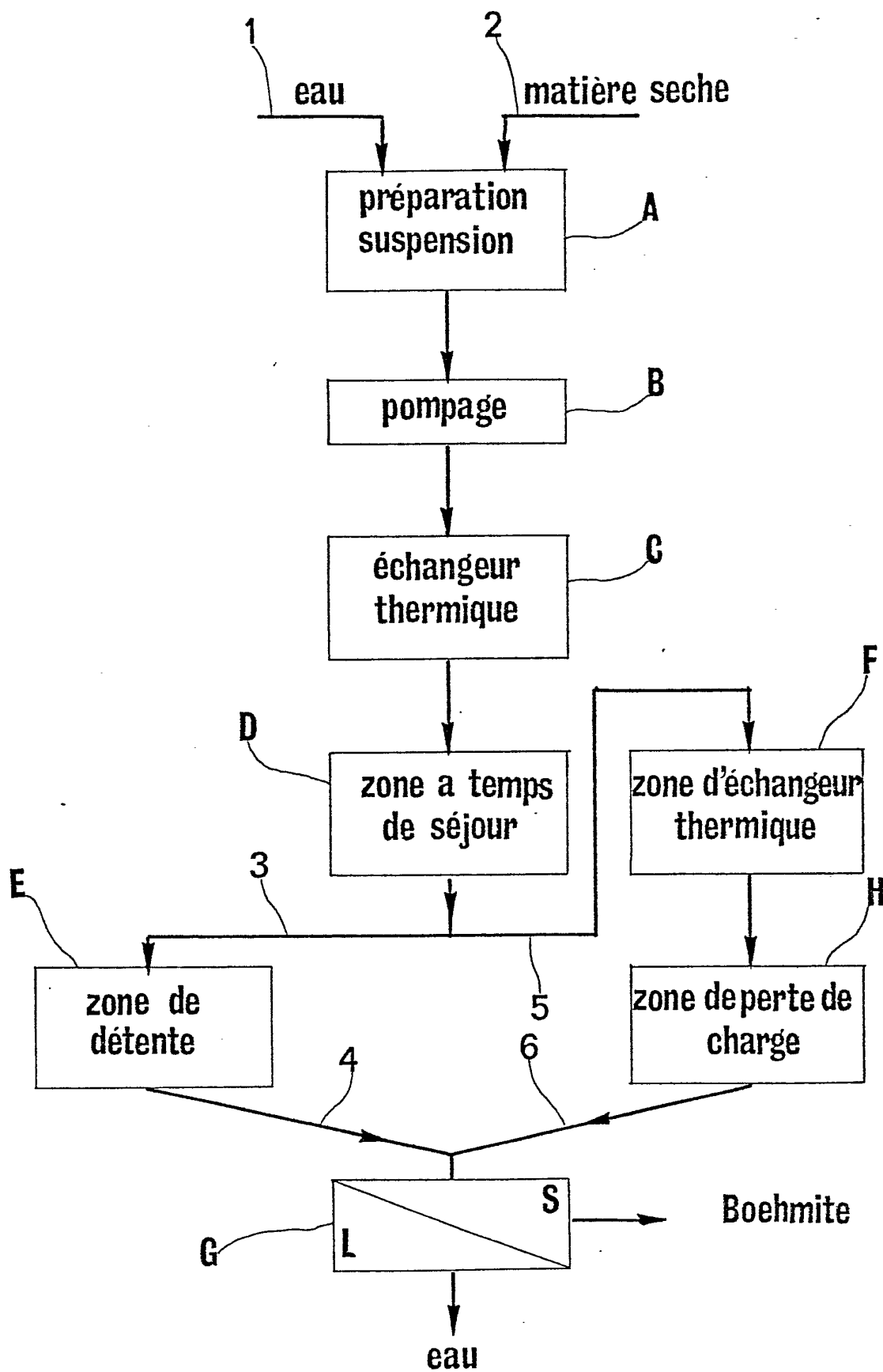
25

10) Boehmite obtenue selon l'application de l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisé en ce qu'elle est très appauvrie en impuretés alcalines, plus particulièrement en Na_2O .

30



I-1



RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale N° PCT/FR 80/00030

I. CLASSEMENT DE L'INVENTION (si plusieurs symboles de classification sont applicables, les indiquer tous) ³		
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB		
Int. Cl. ³ : C 01 F 7/44; C 01 F 7/02		
II. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTÉ		
Documentation minimale consultée ⁴		
Système de classification	Symboles de classification	
Int.Cl. ³	C 01 F 7/44; C 01 F 7/02; B 01 J 20/08; C 04 B 35/10	
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où de tels documents font partie des domaines sur lesquels la recherche a porté ⁵		
III. DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS ¹⁴		
Catégorie *	Identification des documents cités, ¹⁶ avec indication, si nécessaire, des passages pertinents ¹⁷	N° des revendications visées ¹⁸
	FR. A, 983101 publié le 19 juin 1951, voir: page 2 résumé 2 et 3, Comp. de Produits Chimiques et Electrométallurgiques Alain. Froges et Camargue ---	1
A	FR, A, 1460015, publié le 17 octobre 1966, Pechiney ---	
A	GB, A, 1169096, publié le 29 octobre 1969, Pechiney ---	
A	US, A, 2659660, publié le 17 novembre 1953, André Sable -----	
* Catégories spéciales de documents cités: ¹⁵ « A » document définissant l'état général de la technique « E » document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date « L » document cité pour raison spéciale autre que celles qui sont mentionnées dans les autres catégories « O » document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens « P » document publié avant la date de dépôt international mais à la date de priorité revendiquée ou après celle-ci « T » document ultérieur publié à la date de dépôt international ou à la date de priorité, ou après, et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention « X » document particulièrement pertinent		
IV. CERTIFICATION		
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée ²		Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale ²
23 mai 1980		6 juin 1980
Administration chargée de la recherche internationale ¹		Signature du fonctionnaire autorisé ²⁵
Office Européen des Brevets		G.L.M. KRUYDENBERG

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No PCT/FR80/00030

I. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER (if several classification symbols apply, indicate all) ³

According to International Patent Classification (IPC) or to both National Classification and IPC

Int.Cl.³: C 01 F 7/44; C 01 F 7/02

II. FIELDS SEARCHED

Minimum Documentation Searched +

Classification System	Classification Symbols
Int.Cl. ³	C 01 F 7/44; C 01 F 7/02; B 01 J 20/08; C 04 B 35/10

Documentation Searched other than Minimum Documentation
to the Extent that such Documents are Included in the Fields Searched 5

III. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT ¹⁴

Category *	Citation of Document, ¹⁶ with indication, where appropriate, of the relevant passages ¹⁷	Relevant to Claim No. ¹⁸
	FR, A, 983101, published on 19 June 1951, see: page 2 abstract 2 and 3, Comp. de Produits Chimiques et Electrometallurgiques Alain, Froges et Camargue	1
A	FR, A, 1460015, published on 17 October 1966, Pechiney	
A	GB, A, 1169096, published on 29 October 1969, Pechiney	
A	US, A, 265660, published on 17 November 1953, André Sable	

* Special categories of cited documents: 15

"A" document defining the general state of the art

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document cited for special reason other than those referred to in the other categories

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but on or after the priority date claimed

"T" later document published on or after the international filing date or priority date and not in conflict with the application, but cited to understand the principle or theory underlying the invention.

"X" document of particular relevance

IV. CERTIFICATION

Date of the Actual Completion of the International Search ²	Date of Mailing of this International Search Report ²
23 May 1980 (23..05.80)	6 June 1980 (06.06.80)
International Searching Authority ¹	Signature of Authorized Officer ²⁰
EUROPEAN PATENT OFFICE.	